

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06345469 A**

(43) Date of publication of application: **20 . 12 . 94**

(51) Int. Cl

C03B 20/00
C03B 37/014

(21) Application number: **05137474**

(22) Date of filing: **08 . 06 . 93**

(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

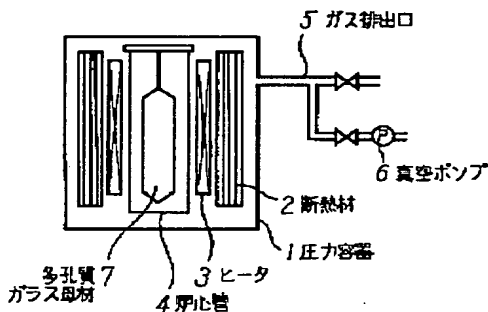
(72) Inventor:
ITO MASUMI
TSUCHIYA ICHIRO
DANZUKA TOSHIO
OGA YUICHI
HOSHINO SUMIO

(54) **PRODUCTION OF HIGH-PURITY TRANSPARENT GLASS** COPYRIGHT: (C)1994,JPO

(57) Abstract:

PURPOSE: To prevent deterioration of a core tube and produce a high-purity transparent glass by setting a porous glass preform in the core tube made of high-purity carbon coated with SiC, heating it under vacuum in an autoclave and making it transparent.

CONSTITUTION: A core tube 4 made of high-purity carbon coated with preferably 50 to 250 μ m thick SiC is set in an autoclave 1 and a heater 3 and an insulating material 2 are set around the core tube 4. A porous glass preform 7 is held in the core tube 4 and heated by a heater 3 while keeping the whole autoclave 1 vacuum by a vacuum pump 6. Thereby, the porous glass preform 7 is made transparent and a high-purity transparent glass is produced. In this production method, the core tube 4 can be prevented from being deteriorated due to gases derived from water or oxygen contained in the preform 7 since a SiC coating layer is formed on the core tube 4 made of high-purity carbon. Accordingly, the operation can be carried out without requiring exchanging the core pipe 4 over a long period of time.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-345469

(43) 公開日 平成6年(1994)12月20日

(51) Int. Cl. ⁵

C03B 20/00

37/014

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

7

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全4頁)

(21) 出願番号 特願平5-137474

(22) 出願日 平成5年(1993)6月8日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 伊藤 真澄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 土屋 一郎

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 弾塚 俊雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

最終頁に続く

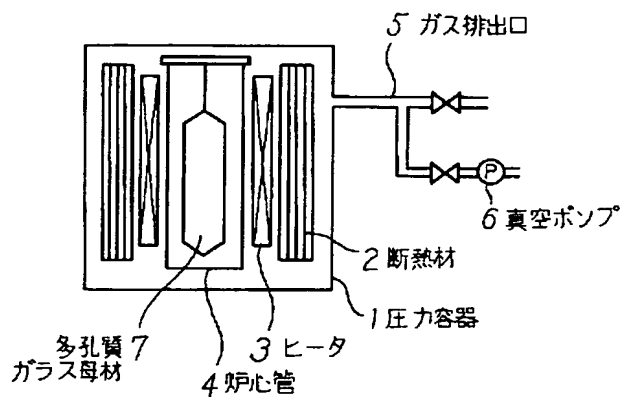
(54) 【発明の名称】 高純度透明ガラスの製造方法

(57) 【要約】

【目的】 光ファイバ用に好適な高純度透明ガラスの製造方法に関する。

【構成】 多孔質ガラス母材を圧力容器内に設けた炉心管の中に保持し、該圧力容器全体を真空中に保ちながら加熱することにより透明ガラス母材を得る方法において、該炉心管としてSiCをコーティングした高純度カーボン製の炉心管を使用する。

【効果】 炉心管の劣化が少なく、長期間にわたり炉心管の取り替えをすることなく操作が可能である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 多孔質ガラス母材を圧力容器内に設けた炉心管の中に保持し、該圧力容器全体を真空中に保ちながら加熱することにより透明ガラス母材を得る方法において、該炉心管が SiC をコーティングした高純度カーボン製であることを特徴とする高純度透明ガラスの製造方法。

【請求項 2】 SiC コーティング層の厚さが 50 ~ 250 μm の範囲である請求項 1 に記載の高純度透明ガラスの製造方法。

【請求項 3】 複数個の炉心管を、長手方向に重ね、接続部にカーボン製のパッキンを挟んで接続して使用する請求項 1 又は 2 に記載の高純度透明ガラスの製造方法。

【請求項 4】 カーボン製のパッキンの厚さが 0.2 ~ 1.0 mm の範囲である請求項 3 に記載の高純度透明ガラスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、光ファイバ用のガラスに好適な高純度透明ガラスの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 ガラス微粒子が集合してなる多孔質体（多孔質ガラス母材）を加熱して、緻密な高純度透明ガラスを得る方法としては、残留気泡が収縮消滅しやすく、透明ガラス化に有利な He ガスを雰囲気ガスとして用いる方法が知られている。また、He は稀少ガスであり、高価なため、He ガスを使用しない真空雰囲気下での焼結方法も提案されている（特開昭 63-201025 号公報）。多孔質材が大型化すると、他のガスに比較してガラス中の透過率が大きい He ガスを用いても、気泡が残留するようになってしまう。そのため、この真空焼結法は、大型の多孔質ガラス母材を透明化するのに特に適した方法である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 従来の真空焼結方法は、多孔質母材を圧力容器内に設けた炉心管の中に保持し、該圧力容器全体を真空中に保ちながら加熱する方法である。真空中で多孔質母材を加熱し、緻密な高純度透明ガラスを得ようとする場合、加熱雰囲気の高純度化が問題となるが、この方法では圧力容器内に炉心管を設け、雰囲気汚染の主たる原因となる断熱材を加熱雰囲気から分離した形で多孔質母材を加熱するようにしている。この方法で用いられる炉心管の材料としては高純度カーボンが一般的である。カーボン製炉心管は、透明化に必要な 1600℃ 以上の高温に耐え、かつ急激な温度変化にも耐えられることから、炉心管に適した材料と考えられている。しかしながら、多孔質ガラス母材は、母材内に多量の水分や酸素を含んでおり、焼結の際にこれらのガスが母材から発生し、カーボンと反応して炉心管を劣化

させ、比較的短期間で取り替えが必要になるという問題がある。本発明の目的は、前記従来技術の問題点を解決し、焼結時に炉心管の劣化が少なく、長期間にわたり炉心管の取り替えをすることなく操業が可能な高純度透明ガラスの製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 前記目的は、SiC をコーティングした高純度カーボン製の炉心管を使用することによって達成される。すなわち、本発明は、多孔質ガラス母材を圧力容器内に設けた炉心管の中に保持し、該圧力容器全体を真空中に保ちながら加熱することにより透明ガラス母材を得る方法において、該炉心管が SiC をコーティングした高純度カーボン製であることを特徴とする高純度透明ガラスの製造方法である。

【0005】 炉心管の形状は特に限定されるものではないが、側壁を形成する管の上下に上ふた及び底ふたを装着できるような形状とする。底ふたは管の底部に一体的に成形した形としてもよい。

【0006】 多孔質ガラス母材の一般的製法として、VAD 法と OVD 法が知られている。この製法は SiCl₄ 等のガラス原料から酸水素火炎内で加水分解反応により SiO₂ 粒子を生成させ、出発棒に堆積させるものである。したがって、この方法で作製した多孔質ガラス母材内には、酸水素火炎内のガスである酸素や水が多量に含まれている。このような多孔質ガラス母材を焼結透明化させるため、加熱すると、母材内の酸素や水が母材外へ放出される。炉心管としてカーボンを使用した場合、カーボンは高温で酸素や水分により酸化され、酸化反応が進むとカーボンは脆くなり粉体を発生しやすくなる。カーボン粉が発生してしまうと、カーボン粉が多孔質ガラス母材に付着し、焼結透明化させた際にそのまま残留して不純物となったり、気泡を生ずるなどの問題が生じる。カーボンは多孔性であるためガスの透過性が高くかつ反応性が高い。そこで本発明の方法においては、表面に緻密な膜をコーティングした高純度カーボン製の炉心管を使用することを特徴とする。

【0007】 本発明における高純度カーボンとは、Cu 含有量が 0.05 ppm 以下でかつ Fe 含有量が 0.1 ppm 以下、全灰分 20 ppm 以下のものである。コーティング膜の材料としては耐熱性、耐酸化性及びカーボンとの熱膨張係数の近似などの関係から SiC が最適である。SiC 膜は多孔質ガラス母材の焼結処理に伴い消耗するが、発塵性はないためガラス母材への悪影響はない。

【0008】 コーティング膜の厚みは 50 ~ 250 μm の範囲が好適である。膜厚をこの範囲とすることにより、一つの炉心管で十分な経済性を有する処理本数である 200 本以上の高純度透明ガラスの焼結処理が可能である。膜厚が 50 μm 未満では消耗が早く、また、膜厚が 250 μm を超えると、焼結時のヒートサイクルによ

りコーティング膜にひび割れが生じ、膜が剥がれやすくなるので好ましくない。

【0009】長尺の多孔質ガラス母材を処理するためには大型の炉心管を必要とするが、均一なSiCコーティング膜を施した大型の炉心管は製造が難しいため、適度の大きさの炉心管を長さ方向に接続して使用するのが好都合である。この場合、接続部には厚さ0.2～1.0mm程度のカーボン製のパッキンを挟むことにより炉心管の気密性を高めることができ、SiCコーティング膜の寿命を大幅に延ばすことができる。

【0010】図1に本発明の方法を実施するための装置の一例を示す。図1に示す装置は压力容器1、断熱材2、ヒータ3、炉心管4、ガス排出口5、真空ポンプ6で構成されている。多孔質ガラス母材7を炉心管4内に保持しておき、压力容器1全体を真空ポンプ6により排気して0.1～20Pa程度の真空度を保ちながら最高温度が1500～1600℃となるように加熱して多孔質ガラス母材7を透明化する。

【0011】

【実施例】以下実施例により本発明の方法をさらに具体的に説明する。

（実施例1）VAD法で作製した直径250mm、長さ500mmの多孔質ガラス母材を、所定の厚さのSiCをコーティングした内径300mm、高さ600mmの高純度カーボン製の炉心管に入れ、図1に示す構造の压力容器中にセットし、1300℃で2時間仮焼後、1550℃で15分間加熱処理を行い、多孔質ガラス部分を緻密な透明ガラスとした。同一の炉心管を用いてこの操作を繰り返し、何本の良質な透明ガラスが得られるかを調べた。こうして得られたSiCコーティング膜の厚みと、そのコーティング膜を施した炉心管を用いて高純度透明ガラスの焼結処理ができた回数との関係を図2に示す。図2から、SiCコーティング膜の厚みが50～250μmの間で200本以上の高純度透明ガラスの焼結処理が可能であることがわかる。

【0012】（実施例2）100μmの厚みのSiCコーティングを施した高純度カーボン製の炉心管を使用したほかは実施例1と同様の条件で多孔質ガラス母材の処理を行い、240本の多孔質ガラス母材を処理し、良好な透明ガラスを得ることができた。240本を越えると

透明化後のガラス体表面に黒点や気泡などの異常が認められ、炉心管を調べたところSiCコーティングは消失していた。

【0013】（比較例1）300μmの厚みのSiCコーティングを施した高純度カーボン製の炉心管を使用したほかは実施例1と同様の条件で多孔質ガラス母材の処理を行ったところ、100本の多孔質ガラス母材を処理したところでガラス体表面に黒点や気泡が認められるようになった。炉心管を調べたところ数カ所でSiCコーティング膜の剥離が認められた。

【0014】（実施例3）100μmの厚みのSiCコーティングを施した直径350mm、長さ500mmの高純度カーボン製の炉心管を2段重ね、接続部には厚さ0.5mmのカーボンパッキンを挟んで長尺の炉心管とし、これに実施例1で使用した多孔質ガラス母材と同様の方法で作製した直径300mm、長さ800mmの多孔質ガラス母材を装入して、実施例1と同様の条件で加熱処理を行い、多孔質ガラス部分を緻密な透明ガラスとした。同一の炉心管を用いてこの操作を繰り返し、240本の良質な透明ガラスを得ることができ、この2個の炉心管をカーボンパッキンを介して接続した炉心管の寿命は、一体型の炉心管と同程度であった。

【0015】

【発明の効果】本発明の方法によれば、真空雰囲気下で多孔質ガラス母材の焼結を行い高純度透明ガラスを製造する際に、炉心管の劣化が少なく、長期間にわたり炉心管の取り替えをすることなく操作が可能であり、本発明の方法は光ファイバ用の高純度透明ガラスの製造法として非常に有効である。

【図面の簡単な説明】

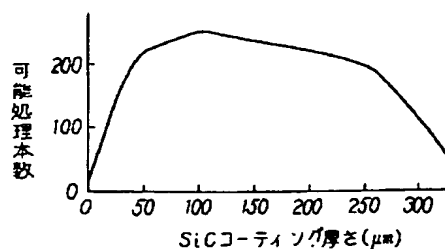
【図1】本発明の方法を実施するための装置の一例を示す概略断面図である。

【図2】実施例1において、SiCコーティング膜の厚みと、多孔質ガラス母材の処理本数との関係を示すグラフである。

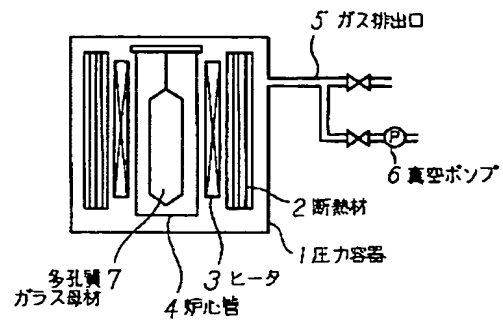
【符号の説明】

- | | | |
|---------|---------|------------|
| 1 压力容器 | 2 断熱材 | 3 ヒータ |
| 4 炉心管 | | |
| 5 ガス排出口 | 6 真空ポンプ | 7 多孔質ガラス母材 |

【図2】



【図 1】



フロントページの続き

- (72)発明者 大賀 裕一
神奈川県横浜市栄区田谷町 1 番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内
- (72)発明者 星野 寿美夫
神奈川県横浜市栄区田谷町 1 番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内